



⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 100 06 424 A 1**

⑤ Int. Cl.⁷:
A 24 B 3/18
A 24 B 15/18

⑳ Aktenzeichen: 100 06 424.8
㉔ Anmeldetag: 14. 2. 2000
㉕ Offenlegungstag: 23. 8. 2001

DE 100 06 424 A 1

⑦① Anmelder:
H.F. & Ph.F. Reemtsma GmbH, 22605 Hamburg, DE
⑦④ Vertreter:
Uexküll & Stolberg, 22607 Hamburg

⑦② Erfinder:
Burmester, Ulrich, Dipl.-Ing., 22523 Hamburg, DE;
Fleischhauer, Holger, 22457 Hamburg, DE; Ziehn,
Klaus-Dieter, Dr., 25421 Pinneberg, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
DE 34 14 625 C2

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verfahren zur Verbesserung der Füllfähigkeit von Tabak

⑤⑦ Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der Füllfähigkeit von Tabak, wie geschnittenen Tabakblättern oder -rippen bzw. pflanzlichen Tabakzusatzstoffen mit Zellstruktur, durch Behandlung des 8 bis 16 Gew.-% Ausgangsfeuchte aufweisenden Tabakmaterials mit einem aus Stickstoff und/oder Argon bestehenden Behandlungsgas bei Drücken von 50 bis 1.000 bar in entweder einem Autoklaven oder bei kaskadenartiger Schaltung in mehreren Autoklaven und anschließender thermischer Nachbehandlung des ausgetragenen Tabakmaterials nach erfolgter Dekompression, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass die Dekompression mit mindestens einer Haltestufe durchgeführt wird, deren Druck 3 bis 60%, vorzugsweise 3 bis 30% des ursprünglichen Maximaldruckes entspricht und dass die Erwärmung des unter Restdruck stehenden Systems derart durchgeführt wird, dass die Tabakaustragstemperatur nach dem vollständigen Druckabbau in einem Bereich von 10 bis 80°C liegt. Die Temperaturerhöhung des unter Restdruck stehenden Systems wird durch eine Haltezeit, ein Umwälzen über einen Wärmetauscher und/oder durch Überströmen von erwärmtem Gas bewirkt, wobei der Druckabbau vom jeweiligen Maximaldruck bis zum Druck der Haltestufe in einem Intervall von 20 Sekunden bis 5 Minuten und der Abbau des Restdruckes in einem Intervall von 3 Sekunden bis 3 Minuten durchgeführt wird.

DE 100 06 424 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erhöhung der Füllfähigkeit von Tabakmaterialien, wie z. B. geschnittenen Tabakblättern, -rippen oder pflanzlichen Tabakzusatzstoffen mit Zellstruktur durch Behandlung des 8 bis 16 Gew.-% Ausgangsfeuchte aufweisenden Tabakmaterials mit einem aus Stickstoff und/oder Argon bestehenden Behandlungsgas bei Drücken von 50 bis 1.000 bar in entweder einem Autoklaven oder bei kaskadepartiger Schaltung in mehreren Autoklaven und anschließender thermischer Nachbehandlung des ausgetragenen Tabakmaterials nach erfolgter Dekompression.

Die Tabakexpansion mit inerten Gasen unter hohen Drücken, die auch als INCOM-Blähverfahren bekannt ist, hat ihre Vorteile gegenüber der Druckbehandlung von Tabak mit Kohlendioxid, Ammoniak oder flüchtigen organischen Gasen gezeigt und ist beispielsweise aus der US 4 289 148 bekannt, wonach Tabakmaterial mit einer Feuchte von über 20 Gew.-% bei Arbeitstemperaturen im Autoklaven zwischen 0 und 50°C behandelt wird. Der Druckabbau erfolgt innerhalb von 0,5 bis 10 Minuten und bei den angeführten Beispielen bei 1,3 Minuten, wonach der ausgetragene Tabak einer thermischen Nachbehandlung z. B. mit Sattdampf unterworfen wird und sich hierbei aufbläht.

Nach DE 31 19 330 A1 wird zusätzlich zu unter 50°C liegenden Arbeitstemperatur ein Tabakmaterial mit einer verringerten Feuchte von 10 bis 15 Gew.-% eingesetzt, um eine stärkere Abkühlung des auszutragenden Tabakmaterials beim Entspannen zu erzielen. Die Druckabbauzeiten liegen hier bei 1,3 bis 2 Minuten.

Die DE 34 14 625 C2 offenbart ein Kaskadenverfahren, wonach durch Kühlung des Behandlungsgases vor der Beaufschlagung des Reaktors, Kühlung des Autoklaven oder Einsatz eines unterkühlten und verflüssigten Behandlungsgases eine niedrige Imprägnierungstemperatur des Tabaks wird. Die Druckabbauzeiten betragen 0,5 bis 10 insbesondere 1 bis 2 Minuten. Die Mindesttemperatur des ausgetragenen Tabaks soll unter 0°C liegen.

Analog werden auch gemäß DE 39 35 774 C2 bei einem kaskadenartigen Blähverfahren durch Umwälzung des Behandlungsgases über einen Kühler die erforderlichen tiefen Imprägniertemperaturen von 25 bzw. 45°C erzielt.

Wenngleich bei diesen bekannten Blähverfahren gute Werte hinsichtlich der Erhöhung der Füllfähigkeit von Tabak bzw. des Blähgrades erzielt werden, sind sie wegen der erforderlichen Kühlung des oder der Autoklaven und wegen der zusätzlichen Kühlung des Behandlungsgases verhältnismäßig aufwendig.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die bisherigen INCOM-Verfahren zu verbessern und unabhängig von aufwendigen Kühlmaßnahmen gleich gute oder bessere Blähgrade zu erreichen.

Erfindungsgemäß wird daher ein Verfahren der eingangs erwähnten Art gemäß Oberbegriff Patentanspruch vorgeschlagen, das dadurch gekennzeichnet ist, dass die Dekompression mit mindestens einer Haltestufe durchgeführt wird, deren Druck 3 bis 60%, vorzugsweise 3 bis 30% des ursprünglichen Maximaldruckes entspricht und dass die Erwärmung des unter Restdruck stehenden Systems derart durchgeführt wird, dass die Tabakaustragstemperatur nach dem vollständigen Druckabbau in einem Bereich von 10 bis 80 °C liegt.

Überraschenderweise hat sich gezeigt, dass bei niedrigen Tabakfeuchten im Bereich von 8 bis 16 Gew.-% die bisherige Lehre, eine tiefe Behandlungstemperatur bzw. niedrige Austragstemperatur vorzusehen, nicht zu optimalen Blähergebnissen führt. Vielmehr konnten erst durch die Erwärmung des unter Restdruck stehenden Systems erstaunlich gute Werte hinsichtlich des Bläheeffektes bzw. der Füllfähigkeit erzielt werden, wobei verfahrensmäßig die Kompressionswärme vorteilhaft genutzt wird bzw. nicht abgeführt werden muß und eine zusätzliche Kühlung des oder der Autoklaven entfällt.

Vorzugsweise wird der Druckabbau vom jeweiligen Maximaldruck bis zum Druck der Haltestufe in einem Intervall von 20 Sekunden bis 5 Minuten durchgeführt, während der Abbau des Restdruckes in einem Intervall von 3 Sekunden bis 3 Minuten durchgeführt wird. Ferner ist es zur Erzielung der erfindungsgemäßen Tabakaustragstemperatur zweckmäßig, dass die Temperaturerhöhung durch eine Haltezeit, durch ein Umwälzen des unter Restdruck stehenden Gases über einen Wärmetauscher und/oder durch Überströmen von erwärmten Gas aus einem weiteren Autoklaven bewirkt wird.

Bei einer weiteren bevorzugten Verfahrensvariante wird die Hochdruckbehandlung oder die Sequenz aus Hochdruckbehandlung und thermischer Behandlung mehrfach mit demselben Tabakmaterial durchgeführt.

Besonders gute Ergebnisse werden erzielt, wenn die Ausgangsfeuchte des Tabakmaterials im Bereich von 10 bis 14 Gew.-% liegt und ferner, wenn die thermische Nachbehandlung des Tabakmaterials mit Sattdampf erfolgt.

Im folgenden wird das erfindungsgemäße Verfahren an Hand von Beispielen erläutert.

Beispiel 1

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens als auch für die Vergleichsversuche wurde die Hochdruckbehandlung mit einem aus Stickstoff bestehenden Behandlungsgas in einem Laborautoklaven mit einem genutzten Inhalt von 2 l durchgeführt, wobei zur zur Einstellung der gewünschten Arbeitstemperaturen eine Ummantelung zur Zirkulation flüssiger Medien diente. Der Druckaufbau bzw. die Gaszuführung zum Autoklaven erfolgte von unten, der Druckabbau bzw. die Gasableitung vom Autoklaven nach oben. Zur Einstellung des Enddruckes wurde ein Kompressor verwendet, während die Tabaktemperatur im oberen Segment bzw. in der oberen Hälfte der Tabakschüttung mit einem Thermoelement gemessen wurde.

Die Laborvorrichtung zur thermischen Nachbehandlung des Tabaks bestand aus einem durchlässigen Transportband bzw. Drahtgewebe, das mit einer Geschwindigkeit von etwa 5 cm/s betrieben wurde. Das zwischen Leitblechen geführte Tabakvlies wurde unter einer etwa 160 mm breiten Dampfdüse mit schlitzzartiger Austrittsöffnung von etwa 8 mm mit etwa 10 kg/h Sattdampf nachbehandelt. Unterhalb des Transportbandes gegenüber der Dampfdüse befand sich eine Dampfabzugvorrichtung.

Die derart behandelten Tabakproben wurden in flachen Schalen ausgebreitet und bei 21°C und 60% relativer Feuchte konditioniert. Die Füllfähigkeiten wurden mit einem Borgwaldt-Densimeter bestimmt und das spezifische Volumen in ml/g bei einer Sollfeuchte von 12 Gew.-% und einer Solltemperatur von 22°C umgerechnet. Aus den Daten des unbehandelten Vergleichs und der expandierten Muster errechnet sich die relative Füllfähigkeitsverbesserung bzw. der Blähgrad nach:

$$\Delta\% = (F_E - F_B) \cdot 100\% / F_B$$

(F_B = Füllfähigkeit unbehandelt, F_E = Füllfähigkeit expandiert)

Zur Aufnahme des Tabaks im Autoklaven diente ein PVC-Rohr mit eingesetztem Siebboden. Die Gaszuleitung während des Druckaufbaus erfolgte bis zu einem Enddruck von 700 bar. Als Tabak wurden 300 g Virginia-Blend mit einer Einsatzfeuchte von 12% eingesetzt. Die Versuchsergebnisse sind in den folgenden Tabellen aufgeführt, wobei T_A die Austragstemperatur des hochdruckbehandelten Tabaks bedeutet. Im Versuch 1 wurden beim Druckabbau zwei Haltestufen von je 2 min bei 400 und 100 bar und in den Versuchen 2 und 3 nur eine Haltestufe von 2 min bzw. 4 min bei 50 bar angewandt. Bei dem Vergleichsversuch Nr. 4 erfolgte der Druckabbau unmittelbar, also ohne Haltestufe in einer Druckabbauzeit von < 1 min.

Tabelle 1

Versuchsergebnisse

Nr.	Operation bei Druckabbau	Arbeitstemperatur °C			
		60		80	
		T_A °C	$\Delta\%$	T_A °C	$\Delta\%$
1	Haltestufe je 2 min bei 400 und 100 bar	16	83	-	-
2	Haltestufe 2 min bei 50 bar	15	93	20	90
3	Haltestufe 4 min bei 50 bar	33	93	41	90
4	Keine (Vergleich)	-25	80	-3	81

Die obigen Versuche Nr. 1 bis 3 bei verschiedenen Druck- und Zeitwerten der Haltestufe und zwei Arbeitstemperaturen des Autoklaven zeigen im Vergleich zu dem Versuch Nr. 4 mit direktem Druckabbau, dass die Haltezeiten bei vorgeählter Haltestufe (Druck) eine deutliche Erhöhung der Austragstemperatur von -25°C bzw. -3°C auf bis zu +33°C bzw. +41°C und im Gegensatz zur bisherigen technischen Lehre eine erhöhte Füllfähigkeitsverbesserung trotz hoher Austragstemperaturen ergaben.

Beispiel 2

Analog Beispiel 1 wurde die Hochdruckbehandlung mit 150 g Tabak bei einer Arbeitstemperatur des Autoklaven von 40°C durchgeführt. Während des Druckabbaus wurde beim Versuch Nr. 5 eine Haltestufe von 2 min bei 50 bar angewandt und bei der Haltezeit das Gas mit Hilfe einer Umwälzpumpe über einen Wärmetauscher mit einer Temperatur von 80°C zirkuliert. Die Gaszuleitung beim Druckaufbau und beim Umwälzen erfolgte dieses mal von oben, die Gasableitung bei Haltestufe und Druckabbau nach unten. Ein Dichtungsring zwischen der oberen Begrenzung des Tabakeinsatzgefäßes und dem Autoklavendeckel gewährleistete den unmittelbaren Eintritt des Gases in das Tabakeinsatzgefäß.

Tabelle 2

Versuchsergebnisse

Nr.	Operation bei Druckabbau	Arbeitstemperatur 40 °C	
		T_A °C	$\Delta\%$
5	Haltestufe 2 min bei 50 bar, umwälzen über Wärmetauscher (80 °C)	10	79
6	Keine (Vergleich)	-105	69

Beispiel 3

Es wurde analog Beispiel 2 gearbeitet, wobei während des Druckabbaus eine Haltestufe von 1 min bei 50 bar konstant eingeregelt und erwärmtes Gas aus einem zweiten, als Donator bezeichneten Autoklaven in das Behandlungsgefäß eingeleitet wurde. Der Donator hatte vor dem Überströmen einen Druck von 100 bar und eine Arbeitstemperatur von 80°C bei einem Inhalt von 4 l. Die Gaszuleitung beim Druckaufbau und beim Überströmen erfolgte jetzt von unten, die Gasableitung bei Haltestufe und Druckabbau nach oben.

Tabelle 3

Versuchsergebnisse

Nr.	Operation bei Druckabbau	Arbeitstemperatur 40 °C	
		T _A °C	Δ%
7	Haltestufe 1 min bei 50 bar, überströmen aus Donator, Druck 100 bar, Arbeitstemperatur 60 °C	16	89

Die obigen Beispiele 2 und 3 zeigen, im Gegensatz zu Beispiel 1, bei welchem die Erwärmung durch Haltezeit bei vorgewählter Haltestufe bzw. vorgewähltem Druck eine erhöhte Arbeitstemperatur voraussetzt, dass das Umwälzen gemäß Beispiel 2 über Wärmetauscher oder der Gastransfer aus dem Donator gemäß Beispiel 3 bei konstanter Haltestufe bzw. konstantem Druck auch bei einer Arbeitstemperatur des gasaufnehmenden, als Akzeptor bezeichneten Behandlungsgefäßes von 40°C zu einer erhöhten Austragstemperatur führen. Insbesondere die Variante des Überströmens aus dem Donatorbehälter nach Beispiel 3 führt zu einer deutlichen Steigerung der Füllfähigkeitsverbesserung gegenüber dem Vergleichsversuch Nr. 6 des Beispiels 2.

Zur Deutung der überraschenden Ergebnisse kann vermutet werden, dass die Erwärmung des hochdruckbehandelten Tabaks unter Restdruck zu einer Vorexpanansion im Autoklaven führt, wodurch sich zusätzliche Füllfähigkeitsverbesserungen ergeben, die sich nicht mit der bekannten Verfahrensweise erreichen lassen. Zur Bestätigung dieser Annahme wurde in dem folgenden Beispiel 4 die Druckbehandlung jetzt ohne thermische Nachbehandlung mit Sattedampf durchgeführt, um einen möglichen Effekt einer Vorexpanansion zu prüfen, wobei die behandelten Proben direkt klimatisiert wurden. Zwar sind die Füllfähigkeitsverbesserungen ohne thermische Nachbehandlung gering, jedoch zeigt sich im folgenden Beispiel 4 ein zusätzlicher Füllfähigkeitseffekt beim Erwärmen unter Restdruck.

Beispiel 4

150 g Tabak wurden einer Hochdruckbehandlung bei einer Arbeitstemperatur des Autoklaven von 60°C unterworfen, wobei der Tabak nach dem völligen Druckabbau nicht thermisch nachbehandelt wurde. Beim Druckabbau erfolgte eine Haltestufe von 1 min bei 50 bar mit Überströmen von erwärmten Gas aus einem zweiten Autoklaven analog Beispiel 3, wobei der Donator vor dem Überströmen einen Druck von 200 bar und eine Arbeitstemperatur von 80°C hatte. Bei dem Vergleichsversuch Nr. 9 erfolgte der Druckabbau unmittelbar und ohne Haltestufe.

Tabelle 4

Versuchsergebnisse

Nr.	Operation bei Druckabbau	Arbeitstemperatur 60 °C	
		T _A °C	Δ%
8	Haltestufe 1 min bei 50 bar, überströmen aus Donator, Druck 200 bar, Arbeitstemperatur 80 °C	19	21
9	Keine (Vergleich)	-69	8

Die obigen Ergebnisse bestätigen die Annahme einer wenn auch geringen Vorexpanansion vor der thermischen Nachbehandlung mit Sattedampf bei Erwärmung des unter Restdruck stehenden hochdruckbehandelten Tabaks.

Die folgenden Beispiele 5 und 6 zeigen eine weitere Ausführungsform der erfindungsgemäßen Verfahren, bei dem die Hochdruckbehandlung bzw. die Hochdruckbehandlung und die thermische Nachbehandlung mehrfach mit demselben Tabakmaterial durchgeführt wird.

Beispiel 5

150 g Tabak wurden in einer ersten Stufe bei einer Arbeitstemperatur des Autoklaven von 60°C analog Beispiel 3 durch Überströmen von erwärmten Behandlungsgas aus dem Donator bei einer Haltestufe mit konstantem Druck einer Hochdruckbehandlung unterzogen. Der Donator hatte vor dem Überströmen einen Druck von 300 bar und eine Arbeitstemperatur von 80°C; die Haltestufe wurde mit 1 min bei 200 bar eingestellt.

Das nach Versuch Nr. 10 expandierte und konditionierte Tabakmaterial aus der ersten Stufe wurde als Ausgangsmaterial für einen weiteren Behandlungszyklus aus Hochdruckbehandlung und thermischer Nachbehandlung eingesetzt. Die Hochdruckbehandlung wurde 100 g Tabak und bei einer Arbeitstemperatur des Autoklaven von 60°C durchgeführt und

beim Druckabbau wurde eine Haltestufe von 1 min bei 100 bar vorgesehen. Der Donatorbehälter besaß vor dem Überströmen einen Druck von 200 bar bei einer Arbeitstemperatur von 80°C. Die Ergebnisse dieses Versuches und des Versuches Nr. 10 zeigt die Tabelle 5.

Tabelle 5

Versuchsergebnisse

Nr.	Operation bei Druckabbau	Arbeitstemperatur 60 °C	
		T _A °C	Δ%
10	Haltestufe 1 min bei 200 bar, überströmen aus Donator, Druck 300 bar, Arbeitstemperatur 80 °C	26	86
11	Haltestufe 1 min bei 100 bar, überströmen aus Donator, Druck 200 bar, Arbeitstemperatur 80 °C	24	116 (Behandlung expandierter Tabak aus Versuch 10)

Beispiel 6

Es wurde analog Beispiel 5 vorgegangen, wobei jedoch jetzt zwei identische Druckbehandlungszyklen hintereinander und danach eine abschließende thermische Nachbehandlung durchgeführt wurden. Die Ergebnisse sind wie folgt.

Tabelle 6

Versuchsergebnisse

Nr.	Operation bei Druckabbau	Arbeitstemperatur 60 °C	
		T _A °C	Δ%
12	Haltestufe 1 min bei 100 bar, überströmen aus Donator, Druck 200 bar, Arbeitstemperatur 80 °C	30	103 (doppelte Druckbeh., gefolgt von therm. Behandlung)

Während das expandierte Tabakmaterial der Stufe 1 aus Beispiel 5 zur erneuten Behandlung in Stufe 2 verwendet wurde, ist in diesem Beispiel 6 der Druckbehandlungszyklus zweimal hintereinander durchgeführt und erst dann das druckbehandelte Tabakmaterial der thermischen Nachbehandlung zugeführt worden. Beide Verfahrensweisen beruhen auf dem Prinzip einer Mehrfachexpansion durch Wiederholung der Sequenz aus Hochdruck- und thermischer Nachbehandlung bzw. nur einer wiederholter Hochdruckbehandlung und abschließender thermischer Nachbehandlung.

Beispiel 5 zeigt, dass sich die Wirkung der ersten Expansionsstufe durch die erneute Behandlung in Stufe 2 weiter steigern läßt und ein Tabakmaterial extrem hoher Füllfähigkeit erhalten wird. Beispiel 6 ist durch den Verzicht auf einen Nachbehandlungsschritt einfacher, erreicht jedoch nicht den Maximalwert des Beispiels 5.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Verbesserung der Füllfähigkeit von Tabak, wie geschnittenen Tabakblättern oder -rippen bzw. pflanzlichen Tabakzusatzstoffen mit Zellstruktur, durch Behandlung des 8 bis 16 Gew.-% Ausgangsfeuchte aufweisenden Tabakmaterials mit einem aus Stickstoff und/oder Argon bestehenden Behandlungsgas bei Drücken von 50 bis 1.000 bar in entweder einem Autoklaven oder bei kaskadenartiger Schaltung in mehreren Autoklaven und anschließender thermischer Nachbehandlung des ausgetragenen Tabakmaterials nach erfolgter Dekompression, dadurch gekennzeichnet, dass die Dekompression mit mindestens einer Haltestufe durchgeführt wird, deren Druck 3 bis 60%, vorzugsweise 3 bis 30% des ursprünglichen Maximaldruckes entspricht und dass die Erwärmung des unter Restdruck stehende System derart durchgeführt wird, dass die Tabakaustragstemperatur nach dem vollständigen Druckabbau in einem Bereich von 10 bis 80°C liegt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Ausgangsfeuchte des Tabakmaterials im Bereich

von 10 bis 14 Gew.-% liegt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperaturerhöhung des unter Restdruck stehenden Systems durch eine Haltezeit bewirkt wird.

5 4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperaturerhöhung durch ein Umwälzen des unter Restdruck stehenden Gases über einen Wärmetauscher bewirkt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperaturerhöhung des unter Restdruck stehenden Systems durch Überströmen von erwärmten Gas bewirkt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Druckabbau vom jeweiligen Maximaldruck bis zum Druck der Haltestufe in einem Intervall von 20 Sekunden bis 5 Minuten durchgeführt wird.

10 7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Abbau des Restdruckes in einem Intervall von 3 Sekunden bis 3 Minuten durchgeführt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Hochdruckbehandlung oder die Sequenz aus Hochdruckbehandlung und thermischer Behandlung mehrfach mit demselben Tabakmaterial durchgeführt wird.

15 9. Verfahren nach Anspruch 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die thermische Nachbehandlung des Tabakmaterials mit Sattdampf erfolgt.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65